

①9 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE  
INSTITUT NATIONAL  
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE  
PARIS

①1 N° de publication :  
(à n'utiliser que pour les  
commandes de reproduction)

2 678 144

②1 N° d'enregistrement national :

91 08043

⑤1 Int Cl<sup>5</sup> : A 23 K 1/16

⑫

## DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

②2 Date de dépôt : 28.06.91.

③0 Priorité :

④3 Date de la mise à disposition du public de la  
demande : 31.12.92 Bulletin 92/53.

⑤6 Liste des documents cités dans le rapport de  
recherche : *Se reporter à la fin du présent fascicule.*

⑥0 Références à d'autres documents nationaux  
apparentés :

⑦1 Demandeur(s) : RHONE-POULENC NUTRITION  
ANIMALE — FR.

⑦2 Inventeur(s) : Laffay Jean-Claude, Ruel Jacques et  
Sabatier Alain.

⑦3 Titulaire(s) :

⑦4 Mandataire : Rhône-Poulenc Rorer S.A. Direction des  
Brevets.

⑤4 Compositions sous forme de pellets contenant des principes actifs dégradables par la chaleur et la pression.

⑤7 La présente invention concerne de nouvelles compositions, sous forme de pellets, utilisées pour la supplémentation alimentaire et/ou médicamenteuse des animaux, contenant des principes actifs dégradables par l'action de la chaleur et de la pression et un ou plusieurs liants solubilisables, réticulables ou fusibles et éventuellement un agent délitant et/ou une charge.

FR 2 678 144 - A1



La présente invention concerne un procédé d'incorporation dans des pellets de principes actifs. Elle concerne plus particulièrement l'incorporation dans des pellets de principes actifs sensibles à la chaleur et à la pression éventuellement associés à des principes actifs non sensibles. Elle concerne encore plus particulièrement la préparation de pellets destinés à être incorporés à l'alimentation des animaux.

On entend par "pellet" un granulé nutritif pour les animaux obtenu soit par extrusion à travers une filière d'un mélange d'aliments soit par une autre technique.

Ils se présentent sous forme de bâtonnets de préférence cylindrique présentant notamment des dimensions moyennes d'une longueur de 2 à 100 mm et d'un diamètre de 2 à 30 mm. Ils présentent de préférence des dimensions moyennes de 4 à 30 mm de long et de 2 à 10 mm de diamètre. Ils sont largement utilisés par les agriculteurs, car ils sont faciles à manipuler, à administrer et non poussiérants.

Le problème que cherche à résoudre la présente invention consiste à incorporer dans des "pellets" destinés à l'alimentation animale des principes actifs utiles à leur alimentation et/ou à la thérapeutique de ces animaux, mais qui ne peuvent subir la pelletisation du fait de leur sensibilité à la température, à la pression et au cisaillement. En effet, les appareils de pelletisation sont des appareils qui pour permettre la mise en forme des aliments utilisent à la fois la chaleur et la pression en réalisant le forçage d'un mélange alimentaire à travers une filière en présence de vapeur d'eau.

Ce mélange est passé à travers une plaque perforée (la filière) par le moyen d'une presse qui force la masse à extruder à travers les orifices de la plaque. A la sortie de la filière, les cylindres obtenus sont coupés par un moyen mécanique ou spontanément. Lors du passage forcé à travers la filière, les produits à faible résistance thermique ou mécanique subissent une dégradation due à la pression exercée et à la chaleur provoquée à la fois par le frottement et par l'addition de vapeur d'eau favorable à la cohésion des divers ingrédients des aliments de base.

Ce problème a déjà été évoqué dans diverses antériorités. On peut citer parmi ces antériorités la demande de brevet européen publiée sous la numéro EP 231 817 qui décrit un procédé de préparation "d'aliments agglomérés" à base de vitamines ou de composés indispensables à la santé humaine ou animale. Ce problème de dégradation est particulièrement bien expliqué dans le commentaire de l'art antérieur de cette demande de brevet EP 231 817 où les composés à faible résistance thermique ou

mécanique sont toujours au moins partiellement détruits, lors de leur mise en forme, quand ils sont mélangés à l'aliment mixte de base et qu'ils subissent, ensuite, l'action de la vapeur afin d'assurer la cohésion du produit final

La demande de brevet EP 231 817 a permis de résoudre le problème de  
5 fabrication de ces "aliments agglomérés" par pulvérisation sur un noyau à base d'aliments agglomérés d'une solution ou d'une suspension de la vitamine ou des vitamines ou du médicament et éventuellement d'un corps gras. Ce procédé ne permet qu'un enrobage du corps de base par la vitamine avec ou sans corps gras.

Il est également décrit dans le brevet français publié sous le numéro  
10 FR 2 338 653 un procédé de préparation de produits alimentaires sur lesquels est pulvérisée une suspension d'enzyme de préférence de protéases dans une matière grasse liquide ou fondue. Ce procédé apporte le même enseignement que la demande européenne préalablement évoquée et ne permet d'obtenir que des "pellets" sur  
15 lesquels la substance thermosensible est déposée en périphérie par un phénomène de pulvérisation.

Il est également décrit dans la demande de brevet déposée sous le numéro  
FR 89.17305 de nouvelles compositions sous forme de "pellets" contenant des principes actifs granulaires protégés vis à vis de la dégradation dans le rumen libérant lesdits principes actifs dans la cailliette et/ou l'intestin, compositions qui sont obtenues par  
20 mélange du principe actif protégé, sous forme granulaire, et d'un agent liant solubilisable, réticulable ou fusible et éventuellement d'un agent délitant et/ou d'une charge. Cette demande de brevet n'inclut pas d'autres agents thérapeutiques ou nutritionnels que ceux qui se présentent sous forme granulaire et qui sont protégés vis à vis de la dégradation du rumen.

Le problème que cherche à résoudre la présente invention est la mise sous  
25 forme de "pellets", directement assimilables par les animaux, d'additifs médicamenteux ou nutritionnels dégradés lors d'une mise en forme finale par un procédé utilisant l'action conjointe de la chaleur, de la pression et de la vapeur d'eau, éventuellement associés à des composés nutritionnels ou médicamenteux non dégradables lors de la mise en  
30 forme par un procédé classique de pelletisation.

Il semblait impossible jusqu'à ce jour de faire ingérer à des animaux lesdits principes actifs autrement qu'en les dispersant dans l'aliment ou en les pulvérisant sur les aliments préformés, ce qui pose pour la première solution des problèmes

d'homogénéité, de concentration et de distribution et pour la deuxième solution des problèmes de rentabilité et de conservation des produits finis.

5 L'invention décrite dans la demande de brevet FR 89.17305 a permis d'atteindre cet objectif. Elle consiste à préparer des "pellets spéciaux" contenant des principes actifs protégés contre la dégradation dans le rumen, utilisés pour la supplémentation alimentaire et/ou médicamenteuse des ruminants caractérisés en ce qu'ils sont obtenus par mélange du principe actif protégé sous forme de granulé d'un liant choisi parmi les liants solubilisables, reticulables, les liants fusibles et éventuellement d'un agent délitant et/ou d'une charge.

10 Les principes actifs utilisés dans cette demande sont tous des principes actifs granulaires dont la dimension moyenne varie entre 0,3 et 5 mm, il n'est jamais question d'introduire dans ces "pellets" d'additifs nutritionnels ou médicamenteux sous une forme non granulaire et non protégée vis à vis du milieu du rumen.

15 Dans le cadre de la présente invention les additifs alimentaires ou médicamenteux sont limités à des produits non protégés vis à vis de la dégradation dans le rumen, ils peuvent ainsi être choisis parmi les additifs dégradables par l'action conjointe de la chaleur de la pression tels que :

- des vitamines telles que les vitamines A, B, D et E,
- des aliments énergétiques tels que le glucose, les acides gras longs ou  
20 volatils,
- des levures,
- des facteurs de croissance,
- des enzymes telles que les ligninases, les cellulases telles par exemple que les glucanases, les xylanases, les  $\alpha$  amylases, les  $\beta$  glucanases, les phytases,
- 25 - des éléments de la flore microbienne tels que les lactobacilles, les pediococcus, les streptocoques.
- des bactéries
- des fungi tels que par exemple les Aspergillus, les Penicillium
- des peptides tels que notamment l'hormone de croissance

30 Il est bien évident que ces principes actifs peuvent être associés à des principes actifs qui peuvent subir la pelletisation sans dommage comme :

- des additifs minéraux tels que le phosphore, le soufre, le magnésium, le zinc, le cuivre, le cobalt, le sodium, le potassium, le chlore, le fer, le calcium, l'iode, le

molybdène, le sélénium, le nickel, le vanadium

- des adjuvants alimentaires tels que le bicarbonate de sodium, le sorbitol, le propylène glycol, la bétaïne, le propionate de soude.

La mise en forme de ces principes actifs dégradables par l'action conjointe de la chaleur et de la pression éventuellement associés à des principes actifs non dégradables est réalisée par mise en contact desdits principes actifs avec un agent liant choisi parmi les liants solubilisables, réticulables ou fusibles, la mise en contact étant effectuée à une température inférieure à 60°C et de préférence à température ambiante.

Les agents liants utilisables dans le cadre de la présente invention sont choisis de préférence parmi les matières alimentaires permettant une transformation liquide/solide de telle sorte qu'une forme définie proche de celle du "pellet" alimentaire puisse lui être conférée et figée.

Deux classes d'agents liants alimentaires peuvent être utilisés :

- les agents liants utilisés en milieu solvant ou dispersant,
- les agents fusibles.

Parmi les agents liants utilisés en milieu solvant ou dispersant, on peut citer :

- la classe des hydrocolloïdes tels que notamment les dérivés hydrosolubles de la cellulose tels que : la carboxyméthyl cellulose, l'hydroxypropyl cellulose, l'hydroxyéthyl cellulose, l'hydroxyméthyl cellulose;
- la classe des polysaccharides naturels ou synthétiques tels que : la gomme arabique, la gomme adragante, les carraghénates, les dextrines, l'amidon, la gomme xanthane, les alginates;
- les sucres,
- les mélasses et les vinasses,
- les lignosulfonates,
- les farines végétales ou d'algues,
- la classe des composés minéraux cristallisables tels que la chaux, le plâtre, le silicate de sodium, les carbonates de calcium et de magnésium et la silice.
- les gélatines,
- les protéines tannées,
- les sels de cations polyvalents des polyacides naturels ou synthétiques,
- les huiles siccatives et les mastics obtenus par association d'une huile siccative et d'une charge.

Certains liants sont utilisés avec des agents de réticulation choisis par exemple parmi: les aldéhydes pour les protéines, les sels ou oxydes de métaux di ou trivalents pour les alginates, la gomme xanthane, les mélasses, les vinasses et les autres agents de durcissement adaptés aux liants utilisés et bien connus de l'homme de l'art.

Parmi les liants fusibles, on peut citer à titre d'exemples :

- les acides et alcools gras,
- les graisses végétales et animales hydrogénées,
- les esters du glycérol,
- les paraffines,
- les cires naturelles ou synthétiques,
- les polymères synthétiques tels que les polyéthylèneglycols, l'acétate de polyvinyle...

On préfère, parmi l'ensemble des liants, utiliser les mélasses, les vinasses, les acides gras, les graisses végétales ou animales hydrogénées, le plâtre, les cires paraffiniques, les farines végétales.

On peut encore introduire dans le pellet spécial selon l'invention, des additifs qui permettent d'apporter au pellet les performances de densité, de résistance mécanique et de délitement rapide dans le rumen.

A titre d'additifs utiles pour la préparation des pellets spéciaux selon l'invention, on peut citer :

- les additifs minéraux tels que : la silice, les silicates, le talc, les argiles, les carbonates de calcium et de magnésium, les phosphates, les bentonites.
- les additifs issus de produits naturels tels que : les farines de grains, les résidus des industries des céréales et du bois, les tourteaux broyés, les résidus de brasserie et de fermentation diverses, des fibres végétales cellulosiques, des polysaccharides, des sucres.

Le liant complété éventuellement des additifs représente de préférence 40 à 95 % de la masse du "pellet spécial selon l'invention". La teneur en additifs minéraux ou naturels représente de 0 à 80 % en poids par rapport au liant.

Le mélange du liant et du principe actif fragile peut se faire en même temps que la mise en forme ou précédemment. La mise en forme peut se faire par

l'intermédiaire d'une filière ou d'un moule.

La nature du liant, la température de coulée, la quantité d'additifs seront adaptées par l'homme de l'art en fonction de la qualité du pellet spécial selon l'invention désirée :

- 5           - son appétence,
- sa densité,
- sa forme,
- sa dimension,
- sa résistance mécanique,
- 10          - sa solubilité.

Ils se présentent sous forme de bâtonnets de préférence cylindrique présentant notamment des dimensions moyennes de 2 à 100 mm de long et de 2 à 30 mm de diamètre.

- 15 Les pellets spéciaux selon l'invention présentent au moins trois caractéristiques qui les rendent utiles pour l'alimentation des animaux :

1/ Ils sont miscibles en toutes proportions avec les aliments granulés généralement distribués à l'animal en supplémentation de la ration de base. C'est à dire qu'ils peuvent supporter sans démélange les différentes étapes de manutention auxquelles sont soumis les aliments granulés, et s'intègrent dans la chaîne de distribution de l'aliment.

20 2/ La perte d'activité des principes actifs fragiles y est limitée lors de la mise en forme et la destruction mécanique des principes actifs protégés est réduite.

25 3/ Les "pellets spéciaux selon l'invention" ainsi réalisés se délitent rapidement dans l'estomac de l'animal Les principes actifs fragiles peuvent alors continuer librement le transit.

L'aptitude à la miscibilité avec les aliments granulés traditionnels dépend essentiellement de la forme et de la densité des produits réalisés et ne présente pas de difficulté pour l'homme de l'art.

30 La présente invention sera plus complètement décrite à l'aide des exemples suivants qui ne peuvent être considérés comme limitatifs, tant en ce qui concerne les principes actifs, que les liants utilisés.

### EXEMPLE COMPARATIF

100 g de bactéries lactiques sont introduits dans 3 600 g d'un mélange de farines destiné à l'alimentation du bétail, et mis sous forme d'aliment granulé dans une presse à filière rotative KAHL après traitement à la vapeur, conformément à la méthode traditionnelle de préparation des aliments granulés. Le produit obtenu se présente sous forme de cylindres extrudés de 5 mm de diamètre et d'environ 15 mm de long.

Le taux de principe actif résiduel est de 0 % dans l'aliment granulé après passage dans la presse.

### EXEMPLE SELON L'INVENTION

Des pellets contenant des principes actifs qui sont détruits lors de la pelletisation et miscibles en toutes proportions à l'aliment granulé traditionnel sont obtenus par mélange de Bactérie lactique (*Enterococcus faecium*) avec un liant composé de :

	dolomie.....	52,3 %
15	farine de soja.....	13,2 %
	<i>Enterococcus Faecium</i> contenant $3 \cdot 10^{10}$ CFU/g.....	2,7 %
	eau.....	18,2 %
	lignosulfite à 42 % d'eau.....	13,6 %

Le mélange est réalisé à 20 °Celsius dans un mélangeur planétaire. Les constituants solides sont mélangés à sec puis le liant liquide est introduit. Dans ces conditions la pâte humide est réalisée très rapidement, le temps de mélange est ainsi sans influence sur la qualité du produit final.

Le mélange est mis sous forme de particules d'environ 8 mm de diamètre par extrusion, à 20 °Celsius, dans une presse laboratoire à piston de 70 mm de diamètre, entraîné par vis, à travers une filière comportant un cône de compression de 120 mm de longueur pour un diamètre initial de 70 mm et un orifice de 8 mm de diamètre.

Les pellets, ainsi obtenus, sont séchés en étuve ventilée, à 45 °Celsius en 5 Heures, et réduits en éléments de longueur environ 20 mm.



Le taux de bactéries subsistantes est de  $1,2 \cdot 10^8$  CFU/g de produit sec. Le rendement opérationnel sur la numération des Bactéries selon la méthode de comptage ci-après est de 11 %.

- 5 On prend 100 g de granulés que l'on met dans 900 ml de tryptone sel, on agite. Cette solution constitue la solution de dilution -1, on effectue des dilutions successives de 1 ml dans 9 ml jusqu'à  $10^{-9}$ . Le milieu utilisé pour faire les dénombrements est le milieu MRS. Onensemence dans la masse 1 ml des dilutions précédentes, on lit après incubation des boîtes 48 heures à 37°C.

## REVENDEICATIONS

1 - Compositions sous forme de "pellets" contenant des principes actifs dégradables par l'action conjointe de la chaleur et de la pression utilisées pour la supplémentation alimentaire et/ou médicamenteuse des animaux caractérisées en ce qu'elles sont obtenues par mélange et mise en forme du ou des principes actifs dégradables et d'un liant choisi parmi les liants solubilisables, réticulables ou fusibles et éventuellement d'un agent délitant et/ou d'une charge.

2 - Compositions selon la revendication 1 caractérisées en ce que le principe actif dégradable est choisi parmi les vitamines, le glucose, les acides gras, les levures, les facteurs de croissance, les enzymes, la flore microbienne, les bactéries, les fungi, les peptides.

3 - Compositions selon la revendication 1 caractérisées en ce que le liant réticulable est constitué d'un hydrocolloïde choisi parmi les alginates, les gélatines, les dérivés cellulosiques, les polysaccharides, les mélasses ou les vinasses.

4 - Compositions selon la revendication 3 caractérisées en ce que l'agent de réticulation est choisi parmi les aldéhydes pour les protéines, les sels ou oxydes de métaux di ou trivalents pour les alginates, la gomme xanthane, les mélasses, les vinasses.

5 - Compositions selon la revendication 1 caractérisées en ce que le liant fusible est choisi parmi les acides gras, les alcools gras, les esters du glycerol, les polyéthylèneglycols, les paraffines, les cires naturelles ou synthétiques, les graisses animales ou végétales hydrogénées.

6 - Compositions selon la revendication 1 caractérisées en ce que l'agent délitant est choisi parmi les farines de grains, les tourteaux broyés, les résidus de brasserie et de fermentation, les sous-produits des céréales et du bois, les fibres cellulosiques.

7 - Compositions selon la revendication 1 caractérisées en ce que l'agent liant est une farine végétale.

**8 - Compositions selon l'une quelconque des revendications précédentes caractérisées en ce qu'elles contiennent en outre des éléments non destructibles par l'action conjointe de la chaleur et de la pression choisis parmi les oligoéléments et les adjuvants alimentaires.**

INSTITUT NATIONAL  
de la  
PROPRIETE INDUSTRIELLE

RAPPORT DE RECHERCHE  
établi sur la base des dernières revendications  
déposées avant le commencement de la recherche

N° d'enregistrement  
national

FR 9108043  
FA 458817

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		Revendications concernées de la demande examinée
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	
X	EP-A-0 202 409 (MILES LABORATORIES, INC.) * colonne 3, ligne 3 - colonne 4, ligne 4 * * colonne 4, ligne 30 - ligne 37 * * colonne 5, ligne 11 - ligne 15; revendications 1,3-5,8; exemples III, IV *	1-3,5-8
X	EP-A-0 399 819 (TOYO JOZO K. K.) * page 2, ligne 40 - ligne 52 * * page 3, ligne 15 - page 4, ligne 25; revendications 1-10; exemples 1-14 *	1-3,6-7
X	AU-A-548 773 (D. J. KINGSTON AND W. L. WHATMORE) * page 14, ligne 25 - page 15, ligne 17; revendications 1-4,8-16; exemples *	1-4,6-8
X	US-A-5 000 964 (C. G. MCCAULEY, III) * exemples 1-4 *	1-3,6-8
X	US-A-4 048 268 (NELSON HENRY LUDWIG) * revendications 1-6; exemples 1-2 *	1-3,6,7
X	EP-A-0 226 175 (KRKA) * page 4, ligne 32 - page 5, ligne 5; revendications 1,3; exemples 2,5,6,8,10,12 *	1-3,6-8
A	EP-A-0 180 743 (CERNITIN S. A.) * page 17, alinéa 3 - page 18, alinéa 1; revendications 1-7,9,12-14 *	1-3,5
Date d'achèvement de la recherche 05 MARS 1992		Examinateur DEKEIREL M. J.
<p><b>CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES</b></p> <p>X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : pertinent à l'encontre d'au moins une revendication ou arrière-plan technologique général O : divulgation non-écrite P : document intercalaire</p> <p>T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure. D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons &amp; : membre de la même famille, document correspondant</p>		